

DOCKET NO.: 264390US0PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Peter BASSLER et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/07989

INTERNATIONAL FILING DATE: July 22, 2003

FOR: METHOD FOR THE CONTINUOUS INTERMEDIATE SEPARATION OF AN OXIRANE
PRODUCED BY THE OXIRANE SYNTHESIS WITH NO COUPLING PRODUCT BY MEANS
OF A PARTITION-WALL COLUMN

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that
the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Germany	102 33 383.1	23 July 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the
International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/07989. Receipt of the certified
copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been
acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

Re 10

21 JAN 2005

10/521/90
PCT/EP 03/07989

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



REC'D 09 SEP 2003	
WIPO	PCT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

102 33 383.1

Anmeldetag:

23. Juli 2002

Anmelder/Inhaber:

BASF AG, Ludwigshafen/DE

Bezeichnung:

Verfahren zur kontinuierlich betriebenen Zwischen-
abtrennung des bei der koppelproduktfreien Oxiran-
synthese entstehenden Oxirans unter Verwendung
einer Trennwandkolonne

IPC:

C 07 D 301/32

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprüng-
lichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 14. Juli 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Agurks

BEST AVAILABLE COPY

BASF Aktiengesellschaft

23. Juli 2002
B02/0294 IB/RI/Ben

5 **Verfahren zur kontinuierlich betriebenen Zwischenabtrennung des bei der
koppelproduktfreien Oxiransynthese entstehenden Oxirans unter Verwen-
dung einer Trennwandkolonne**

10 Die Erfindung betrifft ein kontinuierlich betriebenes Verfahren zur Zwischenab-
trennung des bei der vorzugsweise koppelproduktfreien Oxiransynthese durch
Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden
Oxirans, wobei das bei der Synthese entstehende Produktgemisch in einer Trenn-
wandkolonne in eine Leicht-, Mittel- und Hochsiederfraktion aufgetrennt und das
15 Oxiran aus der Mittelsiederfraktion an der Seitenabzugsstelle der Kolonne und das
Hydroperoxid aus der Hochsiederfraktion mit dem Sumpf der Kolonne entnom-
men wird.

20 Nach den gängigen Verfahren des Standes der Technik können Oxirane durch
Umsetzung geeigneter organischer Verbindungen mit Hydroperoxiden einstufig
oder mehrstufig hergestellt werden.

Beispielsweise sieht das in der WO 00/07965 beschriebene mehrstufige Verfahren
vor, dass die Umsetzung der organischen Verbindung mit einem Hydroperoxid
25 wenigstens die Schritte (i) bis (iii) umfasst:

- (i) Umsetzung des Hydroperoxids mit der organischen Verbindung unter Erhalt
eines Produktgemisches, umfassend die umgesetzte organische Verbindung
und nicht umgesetztes Hydroperoxid,

- (ii) Abtrennung des nicht umgesetzten Hydroperoxids aus der aus Stufe (i) resultierenden Mischung,
- (iii) Umsetzung des abgetrennten Hydroperoxids aus Stufe (ii) mit der organischen Verbindung.

5

Demgemäss findet die Umsetzung der organischen Verbindung mit dem Hydroperoxid in mindestens zwei Stufen (i) und (iii) statt, wobei das in Stufe (ii) abgetrennte Hydroperoxid erneut in die Reaktion eingesetzt wird.

- 10 Vorzugsweise erfolgen dabei die Umsetzungen in den Stufen (i) und (iii) in zwei getrennten Reaktoren, vorzugsweise Festbettreaktoren, wobei vorzugsweise die Umsetzung der Stufe (i) in einem isothermen und die Umsetzung der Stufe (iii) in einem adiabatischen Reaktor stattfindet.

- 15 Allgemein kann dieses mehrstufige Verfahren zur Umsetzung von Alkenen mit Hydroperoxiden zu Oxiranen verwendet werden. Vorzugsweise wird bei dieser Sequenz als Hydroperoxid Wasserstoffperoxid verwendet sowie die organische Verbindung während der Reaktion in Kontakt mit einem heterogenen Katalysator gebracht.

20

Insbesondere kann obiges Verfahren zur Herstellung von Propylenoxid aus Propylen und Wasserstoffperoxid verwendet werden. Die Umsetzung wird dabei vorzugsweise in Methanol als Lösungsmittel durchgeführt. Das Propylen wird zu-

25 meist in der Qualitätsstufe "chemical grade" eingesetzt und enthält ca. 4 Gew.-% Propan. Der Wasserstoffperoxid-Umsatz in Stufe (i) erreicht hierbei ca. 85 % bis 90 % und in Stufe (iii) ca. 95 % bezogen auf die Stufe (ii). In der Summe kann über beide Stufen ein Wasserstoffperoxidumsatz von ca. 99 % bei einer Propylenoxid-Selektivität von ca. 94 - 95 % erreicht werden.

- 30 Wegen der hohen Selektivität der Reaktion wird diese Synthese auch als koppelproduktfreie Oxiransynthese bezeichnet.

Bei diesem Verfahren wurde insbesondere die Abtrennung des Hydroperoxids optimiert, da das nicht umgesetzte Hydroperoxid aus Stufe (i) erneut in die Reaktion eingesetzt werden soll. Die Abtrennung des Hydroperoxids erfolgt vorzugsweise destillativ über den Sumpf einer Kolonne.

5

Das Oxiran kann in derselben Kolonne wie das Hydroperoxid direkt aus dem Produktgemisch abgetrennt werden. Bei dieser destillativen Zwischenabtrennung wird das Oxiran dann über den Kolonnenkopf der Mischung entnommen. Der Begriff "Zwischenabtrennung" bezeichnet die Abtrennung des Oxirans direkt aus dem Reaktionsgemisch im Unterschied zur Reindestillation, die mit dem bereits abgetrennten Oxiran erfolgt.

10

Wird Propylen mit Wasserstoffperoxid umgesetzt, so enthält das durch Destillation zu trennende Reaktionsgemisch beispielsweise Methanol, Wasser, Propylenoxid als Oxiran, Nebenprodukte, wie z. B. Methoxypropanole, 1,2-Propylen-
15 diglykol, Acetaldehyd, Methylformiat, unumgesetztes Propylen als organische Verbindung, Propan und Wasserstoffperoxid als Hydroperoxid.

Das nach dem Stand der Technik über den Kolonnenkopf abdestillierte Oxiran ist mit unter den Destillationsbedingungen flüchtigen Niedrigsiedern der vorstehend genannten Verbindungen verunreinigt, beispielsweise mit nicht umgesetzter organischer Verbindung. Es muss dann gewöhnlich einem weiteren Reinigungsschritt unterzogen werden, also einer Reindestillation. Dies kann etwa in einer weiteren Destillation in einer Kolonne erfolgen, die mit der als Abtrenneinrichtung ver-
20 wendeten Kolonne in Reihe geschaltet ist. Diese Vorgehensweise mit einer mindestens zweifachen Destillation des Wertprodukts erfordert einen erhöhten apparativen und energetischen Aufwand.

25

Es war Aufgabe der vorliegenden Erfindung, die destillative Abtrennung der bei
30 der Umsetzung von geeigneten organischen Verbindungen mit Hydroperoxiden entstehenden Oxirane aus dem Reaktionsgemisch zu optimieren, insbesondere im

Sinne einer bezüglich des Energieverbrauchs der Destillation und der thermischen Belastung der Produkte verbesserten Verfahrens. Insbesondere sollte ein kontinuierlich zu betreibendes Verfahren zur Verfügung gestellt werden, welches erlaubt, die vorzugsweise durch mehrstufige Umsetzung erhaltenen Oxirane bei möglichst geringem apparativen und energetischen Aufwand durch Zwischenabtrennung in hoher Reinheit zu gewinnen.

Diese Aufgabe konnte gelöst werden durch ein kontinuierlich betriebenes Verfahren zur Zwischenabtrennung des bei der vorzugsweise koppelproduktfreien Oxiransynthese durch Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden Oxirans mittels einer Trennwandkolonne.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein kontinuierlich betriebenes Verfahren zur Zwischenabtrennung des bei der Oxiransynthese durch Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden Oxirans, dadurch gekennzeichnet, dass das bei der Synthese entstehende Produktgemisch in einer Trennwandkolonne in eine Leicht-, Mittel- und Hochsiederfraktion aufgetrennt und das Oxiran aus der Mittelsiederfraktion an der Seitenabzugsstelle und das Hydroperoxid aus der Hochsiederfraktion mit dem Sumpf der Kolonne entnommen wird.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann das Oxiran in derselben Kolonne, in der auch das Hydroperoxid destillativ abgetrennt wird, direkt aus dem Reaktionsgemisch durch destillative Zwischenabtrennung gewonnen werden. Weiterhin können nach dem erfindungsgemäßen Verfahren das Oxiran und das eingesetzte Hydroperoxid unter schonenden Bedingungen und geringer thermischer Belastung voneinander getrennt werden, da in der Trennwandkolonne im Vergleich zu zwei hintereinander geschalteten Kolonnen nur kurze Verweilzeiten notwendig sind. Dies ist außerordentlich vorteilhaft, da es sich bei beiden Verbindungen um hoch reaktive und thermisch labile Komponenten handelt. Im Vergleich zum beim Stand der Technik geschilderten Verfahren führt deshalb das neue erfindungsge-

mäße Verfahren zu einem reduzierten apparativen und energetischen Aufwand bei gleichzeitig verbesserter Produktqualität. Darüber hinaus zeichnet sich die Trennwandkolonne durch einen besonders niedrigen Energieverbrauch aus und bietet somit hinsichtlich des Energiebedarfs gegenüber einer konventionellen Kolonne
5 Vorteile. Für die industrielle Anwendung ist dies außerordentlich vorteilhaft.

Destillationskolonnen mit Seitenabzügen und Trennwand, im Folgenden auch als Trennwandkolonnen bezeichnet, sind bereits bekannt. Sie stellen eine Weiterentwicklung von Destillationskolonnen dar, die nur über einen Seitenabzug aber über
10 keine Trennwand verfügen. Die Anwendungsmöglichkeit des zuletzt genannten Kolonnentyps ist aber eingeschränkt, weil die an den Seitenabzugsstellen entnommenen Produkte nie völlig rein sind. Bei Seitenabnahmen im Verstärkungsteil der Kolonne, die üblicherweise in flüssiger Form erfolgen, enthält das Seitenprodukt noch Anteile an leichtsiedenden Komponenten, die über Kopf abgetrennt
15 werden sollen. Bei Seitenabnahmen im Abtriebsteil der Kolonne, die meist dampfförmig erfolgen, weist das Seitenprodukt noch Hochsiederanteile auf. Die Verwendung von konventionellen Seitenabzugskolonnen ist daher auf Fälle begrenzt, in denen verunreinigte Seitenprodukte zulässig sind.

20 Beim Einbau einer Trennwand in eine solche Kolonne kann jedoch die Trennwirkung verbessert werden. Bei dieser Bauart ist es möglich, Seitenprodukte in reiner Form zu entnehmen. Im mittleren Bereich oberhalb und unterhalb der Zulaufstelle und der Seitenentnahmestelle ist eine Trennwand angebracht, wobei diese fest verschweißt oder auch nur gesteckt werden kann. Sie dichtet den Entnahmeteil
25 gegenüber dem Zulaufteil ab und unterbindet in diesem Kolonnenteil eine Quervermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen über den gesamten Kolonnenquerschnitt. Hierdurch verringert sich bei der Auftrennung von Vielstoffgemischen, deren Komponenten ähnliche Siedepunkte besitzen, die Zahl der insgesamt benötigten Destillationskolonnen.

Dieser Kolonnentyp wurde beispielsweise zur Trennung einer Komponentenvorlage aus Methan, Ethan, Propan und Butan verwendet (US 2,471,134), zur Trennung eines Gemisches von Benzol, Toluol und Xylol (US 4,230,533) sowie zur Trennung eines Gemisches aus n-Hexan, n-Heptan und n-Octan (EP 0 122 367).

5

Auch zur Trennung azeotrop siedender Mischungen können Trennwandkolonnen erfolgreich eingesetzt werden (EP 0 133 510).

10

Schließlich sind auch Trennwandkolonnen, in denen chemische Reaktionen unter gleichzeitiger Destillation der Produkte durchgeführt werden können, bekannt. Als Beispiele werden Veresterungen, Umesterungen, Verseifungen sowie Acetalisierungen genannt (EP 0 126 288).

15

In Figur 1 ist schematisch die Zwischenabtrennung des bei der Oxiransynthese entstehenden Oxirans vom überschüssig eingesetzten Hydroperoxid in einer Trennwandkolonne dargestellt. Dabei wird das aus der Oxiransynthese stammende Reaktionsgemisch über den Zulauf Z in die Kolonne eingebracht. In der Kolonne wird besagtes Reaktionsgemisch aufgetrennt in eine Leichtsiederfraktion L, die im Wesentlichen nicht umgesetzte organische Verbindung enthält, in die Mittelsiederfraktion, die das Oxiran enthält, und in eine Hochsiederfraktion S, die im Wesentlichen unumgesetztes Hydroperoxid mit Lösungsmittel und Wasser enthält. Das Oxiran wird am Seitenabzug für Mittelsieder M entnommen.

20

Aus der Leichtsiederfraktion, die über den Kopf der Kolonne abdestilliert, kann die eingesetzte organische Verbindung isoliert und erneut mit Hydroperoxid in den dazu vorgesehenen Vorrichtungen umgesetzt werden.

25

Die Mittelsiederfraktion mit dem Oxiran als Wertstoff wird an der Seitenabzugsstelle in flüssiger oder dampfförmiger Form entnommen. Zur Entnahme an der Seitenentnahmestelle eignen sich sowohl innenliegende als auch außerhalb der

30

Kolonne angeordnete Auffangräume, in denen die Flüssigkeit oder kondensieren-
der Dampf gesammelt werden kann.

Die Hochsiederfraktion, die typischerweise das Hydroperoxid zusammen mit dem
5 verwendeten Lösungsmittel und Wasser enthält, und über den Sumpf der Kolonne
abgezogen wird, kann erneut mit der organischen Verbindung in den dazu vorge-
sehenen Vorrichtungen umgesetzt werden.

Vorzugsweise werden zur Oxiransynthese das in der WO 00/07965 beschriebene
10 Verfahren sowie die Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens verwendet.
Die Vorrichtung besteht aus einem isothermen Festbettreaktor, einer Abtrennvor-
richtung und einem adiabatischen Festbettreaktor.

Bei Verwendung der Trennwandkolonne des erfindungsgemäßen Verfahrens als
15 Abtrennvorrichtung ist somit eine Anlage möglich, mit der sowohl das Oxiran
kontinuierlich hergestellt, unter kontinuierlicher Zwischenabtrennung isoliert und
nicht umgesetzte Edukte in die Oxiransynthese zurückgeführt werden können.
Dabei werden in einer ersten Stufe die organische Verbindung mit dem Hydrope-
roxid im isothermen Reaktor umgesetzt, das Reaktionsgemisch in die Trennwand-
20 kolonne überführt, wobei über den Seitenabzug aus der Mittelsiederfraktion das
Oxiran und aus der Hochsiederfraktion das Hydroperoxid gewonnen wird. Letzte-
re Verbindung wird dann in einer zweiten Stufe erneut mit der organischen Ver-
bindung im adiabatischen Reaktor umgesetzt.

25 Wird beispielsweise Propylen als organische Verbindung umgesetzt, so kann die-
ses auch als über den Kopf der Kolonne wiedergewonnenes Edukt eingesetzt wer-
den.

Demzufolge ist das erfindungsgemäße Verfahren zur vorzugsweise kontinuierli-
30 chen Zwischenabtrennung eines Oxirans aus einem Produktgemisch geeignet, das

hergestellt wird durch ein Verfahren umfassend wenigstens die Schritte (i) bis (iii):

- 5 (i) Umsetzung des Hydroperoxids mit der organischen Verbindung unter Erhalt eines Produktgemisches, umfassend die umgesetzte organische Verbindung und nicht umgesetztes Hydroperoxid,
- (ii) Abtrennung des nicht umgesetzten Hydroperoxids aus der aus Stufe (i) resultierenden Mischung,
- 10 (iii) Umsetzung des abgetrennten Hydroperoxids aus Stufe (ii) mit der organischen Verbindung.

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens können übliche Trennwandkolonnen mit einem oder mehreren Seitenabzügen, etwa wie sie beim Stand der Technik genannt sind, verwendet werden.

15

Eine solche Trennwandkolonne besitzt beispielsweise vorzugsweise 10 bis 70, mehr bevorzugt 15 bis 50, besonders bevorzugt 20 bis 40 theoretische Trennstufen. Mit dieser Ausführung kann das erfindungsgemäße Verfahren besonders günstig durchgeführt werden.

20

Dabei weist der obere gemeinsame Teilbereich 1 des Zulauf- und Entnahmeteils der Trennwandkolonne vorzugsweise 5 bis 50 %, mehr bevorzugt 15 bis 30 %, der Verstärkungsteil 2 des Zulaufteils vorzugsweise 5 bis 50 %, mehr bevorzugt 15 bis 30 %, der Abtriebsteil 4 des Zulaufteils vorzugsweise 5 bis 50 %, mehr bevorzugt 15 bis 30 %, der Abtriebsteil 3 des Entnahmeteils vorzugsweise 5 bis 50 %, mehr bevorzugt 15 bis 30 %, der Verstärkungsteil 5 des Entnahmeteils vorzugsweise 5 bis 50 %, mehr bevorzugt 15 bis 30 %, und der gemeinsame untere Teilbereich 6 des Zulauf- und Entnahmeteils vorzugsweise 5 bis 50 %, mehr bevorzugt 15 bis 30 %, der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Kolonne auf.

30

Vorzugsweise beträgt die Summe der Zahl der theoretischen Trennstufen der Teilbereiche 2 und 4 im Zulaufteil 80 bis 110 %, mehr bevorzugt 90 bis 100 %, der Summe der Zahl der Trennstufen der Teilbereiche 3 und 5 im Entnahmeteil.

5. Gleichfalls günstig ist es, die Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe in der Kolonne anzuordnen. Vorzugsweise ist die Zulaufstelle um 1 bis 8, mehr bevorzugt um 3 bis 5, theoretische Trennstufen höher oder niedriger angeordnet als die Seitenabzugsstelle.

10

Die beim erfindungsgemäßen Verfahren verwendete Trennwandkolonne kann vorzugsweise sowohl als Packungskolonne mit Füllkörpern oder geordneten Packungen oder als Bodenkolonne ausgeführt werden. Beispielsweise können als geordnete Packungen Blech- oder Gewebepackungen mit einer spezifischen Oberfläche von 100 bis 1000 m²/m³, bevorzugt etwa 250 bis 750 m²/m³ eingesetzt werden. Solche Packungen bieten eine hohe Trennleistung bei gleichzeitig niederem Druckverlust pro Trennstufe.

15

20

Vorzugsweise wird bei vorstehend genannter Ausführung der Kolonne der durch die Trennwand 7 unterteilte Teilbereich der Kolonne bestehend aus dem Verstärkungsteil 2 des Zulaufteils, dem Abtriebsteil 3 des Entnahmeteils, dem Abtriebsteil 4 des Zulaufteils und dem Verstärkungsteil 5 oder Teilen davon mit geordneten Packungen oder Füllkörpern bestückt, und die Trennwand in diesen Teilbereichen wärmeisolierend ausgeführt.

25

Das in der Oxiransynthese erhaltene Gemisch, das aus Leichtsieder L, Mittelsieder und Hochsieder S besteht, wird nun über den Zulauf Z kontinuierlich in die Kolonne eingebracht. Dieser Zulaufstrom ist im allgemeinen flüssig. Es kann jedoch von Vorteil sein, den Zulaufstrom einer Vorverdampfung zu unterziehen, und anschließend zweiphasig, d. h. gasförmig und flüssig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes der Kolonne zuzuführen. Diese Vorver-

30

dampfung bietet sich besonders dann an, wenn der Zulaufstrom größere Mengen an Leichtsiedern L enthält. Durch die Vorverdampfung kann der Abtriebsteil der Kolonne wesentlich entlastet werden.

5 Zweckmäßigerweise wird der Zulaufstrom mittels einer Pumpe oder über eine statische Zulaufhöhe von mindestens 1 m mengengeregt in den Zulaufteil aufgegeben. Vorzugsweise erfolgt diese Zugabe über eine Kaskadenregelung in Verbindung mit der Flüssigkeitsstandregelung des Auffangraumes des Zulaufteils. Dabei wird die Regelung so eingestellt, dass die auf das Verstärkungsteil 2 aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30 % des Normalwertes sinken kann. Es hat sich gezeigt, dass eine derartige Vorgehensweise zur Kompensation von störenden Schwankungen bezüglich der Zulaufmenge oder der Zulaufkonzentration wichtig ist.

10 Ähnlich wichtig ist, dass die Aufteilung der aus dem Abtriebsteil 3 des Entnahmeteils der Kolonne ablaufenden Flüssigkeit auf den Seitenabzug und auf den Verstärkungsteil 5 des Entnahmeteils durch eine Regelung so eingestellt wird, dass die auf den Teilbereich 5 aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30 % des Normalwertes sinken kann.

20

Die Einhaltung dieser Voraussetzungen muss durch entsprechende Regelvorschriften sichergestellt werden.

Regelungsmechanismen zum Betreiben von Trennwandkolonnen wurden beispielsweise beschrieben in Chem. Eng. Technol. 10 (1987) 92-98, Chem.-Ing.-Technol. 61 (1989) Nr. 1, 16-25, Gas Separation and Purification 4 (1990) 109-114, Process Engineering 2 (1993) 33-34, Trans IChemE 72 (1994) Part A 639-644, Chemical Engineering 7 (1997) 72-76). Die bei diesem Stand der Technik angegebenen Regelungsmechanismen können auch für das erfindungsgemäße

30 Verfahren angewendet bzw. auf dieses übertragen werden.

Für die kontinuierlich betriebene Zwischenabtrennung des Oxirans vom überschüssig eingesetzten Hydroperoxids hat sich nachfolgend beschriebenes Regelungsprinzip als besonders günstig erwiesen. Es ist in der Lage, Lastschwankungen gut zu verkraften. Vorzugsweise erfolgt somit die Destillatentnahme temperatur-
5 geregelt.

Im oberen Kolonnenteil 1 ist eine Temperaturregelung vorgesehen, die als Stellgröße die Ablaufmenge, das Rücklaufverhältnis oder bevorzugt die Rücklaufmenge nutzt. Dabei befindet sich die Messstelle für die Temperaturregelung vorzugsweise um 3 bis 8, mehr bevorzugt um 4 bis 6, theoretische Trennstufen unterhalb
10 des unteren Endes der Kolonne.

Durch eine geeignete Temperatureinstellung wird dann die aus dem Kolonnenteil 1 ablaufende Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand so aufgeteilt, dass das
15 Verhältnis des Flüssigkeitsstroms zum Zulaufteil zu dem zum Entnahmeteil vorzugsweise 0,1 bis 1,0, mehr bevorzugt 0,3 bis 0,6, beträgt.

Vorzugsweise wird bei dieser Methode die ablaufende Flüssigkeit in einem in oder außerhalb der Kolonne angeordneten Auffangraum gesammelt, woraus sie
20 dann kontinuierlich in die Kolonne eingespeist wird. Dieser Auffangraum kann somit die Aufgabe einer Pumpenvorlage übernehmen oder für eine ausreichend hohe statische Flüssigkeitshöhe sorgen, die eine durch Stellorgane, beispielsweise Ventile, geregelte Flüssigkeitsweiterleitung ermöglicht. Bei der Verwendung von gepackten Kolonnen wird die Flüssigkeit zunächst in Sammler gefasst und von
25 dort aus in einen innenliegenden oder außenliegenden Auffangraum geleitet.

Der Brüdenstrom am unteren Ende der Trennwand wird durch die Wahl und/oder Dimensionierung der Trenneinbauten und/oder den Einbau druckmindernder Vorrichtungen, beispielsweise von Blenden, so eingestellt, dass das Verhältnis des
30 Brüdenstroms im Zulaufteil zu dem des Entnahmeteils vorzugsweise 0,8 bis 1,2, bevorzugt 0,9 bis 1,1, beträgt.

Beim vorstehend genannten Regelprinzip ist des weiteren eine Temperaturregelung im unteren gemeinsamen Kolonnenteil 6 vorgesehen, die als Stellgröße die Sumpfantnahmemenge nutzt. Somit kann die Entnahme des Sumpfprodukts temperaturgeregelt erfolgen. Dabei ist die Messstelle für die Temperaturregelung vorzugsweise um 3 bis 6, mehr bevorzugt 4 bis 6, theoretische Trennstufen oberhalb des unteren Endes der Kolonne angeordnet.

10 Zusätzlich kann die genannte Standregelung am Kolonnenteil 6 mit dem Kolonnensumpf als Stellgröße für die Seitenentnahmemenge genutzt werden. Hierzu wird als Regelgröße der Flüssigkeitsstand im Verdampfer verwendet.

Als Stellgröße der Heizleistung kann auch der Differenzdruck über die Kolonne genutzt werden. Günstigerweise wird die Destillation bei einem Kopfdruck zwischen 0,5 und 5 bar, bevorzugt zwischen 0,7 und 2 bar, durchgeführt. Dementsprechend wird zur Einhaltung dieses Druckbereiches die Heizleistung des Verdampfers am Kolonnenboden gewählt.

Die daraus resultierende Destillationstemperatur beträgt vorzugsweise 10 bis 60 °C, mehr bevorzugt 25 bis 45 °C. Sie wird an der Seitenabzugsstelle gemessen.

20 Demzufolge ist das erfindungsgemäße Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass der Kopfdruck in der Trennwandkolonne 0,5 bis 5 bar beträgt.

Weiterhin ist das erfindungsgemäße Verfahren auch dadurch gekennzeichnet, dass die Destillationstemperatur am Seitenabzug 10 bis 60 °C beträgt.

Um die Trennwandkolonne störungsfrei betreiben zu können, werden die genannten Regelmechanismen zumeist in Kombination angewendet.

30 Bei der Trennung von Mehrstoffgemischen in eine Leichtsieder-, Mittelsieder- und Hochsiederfraktion existieren üblicherweise Spezifikationen über den maxi-

mal zulässigen Anteil an Leichtsiedern und Hochsiedern in der Mittelfraktion. Hierbei werden entweder einzelne für das Trennproblem kritische Komponenten, sogenannte Schlüsselkomponenten, oder die Summe von mehreren Schlüsselkomponenten spezifiziert.

5

Die Einhaltung der Spezifikation für die Hochsieder in der Mittelsiederfraktion wird vorzugsweise über das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeitsmenge am oberen Ende der Trennwand geregelt. Dabei wird das Aufteilungsverhältnis so eingestellt, dass die Konzentration an Schlüsselkomponenten für die Hochsiederfraktion in der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand 10 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 30 bis 50 Gew.-%, des Wertes ausmacht, der im Seitenabzug erzielt werden soll. Die Flüssigkeitsaufteilung kann dann so eingestellt werden, dass bei höheren Gehalten an Schlüsselkomponenten der Hochsiederfraktion mehr und bei niedrigeren Gehalten an Schlüsselkomponenten weniger Flüssigkeit auf den Zulaufteil geleitet wird.

15

Entsprechend wird die Spezifikation für die Leichtsieder in der Mittelsiederfraktion durch die Heizleistung geregelt. Hierbei wird die Heizleistung im Verdampfer so eingestellt, dass die Konzentration an Schlüsselkomponenten für die Leichtsiederfraktion in der Flüssigkeit am unteren Ende der Trennwand 10 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 30 bis 50 Gew.-%, des Wertes ausmacht, der im Seitenabzugsprodukt erzielt werden soll. Somit wird die Heizleistung dahingehend eingestellt, dass bei höherem Gehalt an Schlüsselkomponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung erhöht und bei niedrigerem Gehalt an Schlüsselkomponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung verringert wird.

25

Die Konzentration von Leicht- und Hochsiedern in der Mittelsiederfraktion kann nach üblichen Analysemethoden ermittelt werden. Beispielsweise kann zur Detektion Infrarot-Spektroskopie verwendet werden, wobei die im Reaktionsgemisch vorliegenden Verbindungen an Hand ihrer charakteristischen Absorptionen identifiziert werden. Diese Messungen können inline direkt in der Kolonne vorgenom-

30

men werden. Bevorzugt werden jedoch gaschromatographische Methoden verwendet. Hierbei ist dann vorgesehen, dass das obere und untere Ende der Trennwand Probeentnahmemöglichkeiten aufweist. Somit können aus der Kolonne kontinuierlich oder in zeitlichen Abständen flüssige oder gasförmige Proben entnommen und hinsichtlich ihrer Zusammensetzung untersucht werden. In Abhängigkeit von der Zusammensetzung kann dann auf die entsprechenden Regelmechanismen zurückgegriffen werden.

Es ist ein Ziel des erfindungsgemäßen Verfahrens, Oxirane mit einer Reinheit von vorzugsweise mindestens 95 % zur Verfügung zu stellen, besonders bevorzugt jedoch mindestens 97 %, wobei die Gesamtsumme aus Oxiran und den im Oxiran vorhandenen Komponenten 100 Gew.-% beträgt.

In einer speziellen Ausführung der Trennwandkolonne ist es auch möglich, Zulaufteil und Entnahmeteil, die durch die Trennwand voneinander separiert sind, nicht in einer Kolonne zu vereinen, sondern räumlich voneinander zu trennen. Somit kann in dieser speziellen Ausführung die Trennwandkolonne auch aus mindestens zwei voneinander räumlich getrennten Kolonnen bestehen, die dann aber miteinander thermisch gekoppelt sein müssen. Solche thermisch miteinander gekoppelten Kolonnen tauschen miteinander Dampf und Flüssigkeit aus, wobei die Energiezufuhr aber nur über eine Kolonne erfolgt. Diese spezielle Ausführung bietet den Vorteil, dass die thermisch miteinander gekoppelten Kolonnen auch unter verschiedenen Drücken betrieben werden können, wobei eine noch bessere Einstellung des zur Destillation erforderlichen Temperaturniveaus möglich sein kann als bei der herkömmlichen Trennwandkolonne.

Beispiele für Trennwandkolonnen in der speziellen Ausführung der thermisch gekoppelten Kolonnen sind schematisch in Figur 2 und 3 dargestellt.

Figur 2 zeigt dabei eine Variante, in der die Energiezufuhr über den Verdampfer V der Kolonne erfolgt, die der Kolonne, über die das Produktgemisch über den

Zulauf Z eingespeist wird, nachgeschaltet ist. Dabei wird das Produktgemisch in der ersten Kolonne zunächst in eine Leicht- und Hochsiederfraktion, die auch Mittelsieder enthalten, aufgetrennt. Die resultierenden Fraktionen werden anschließend in die zweite Kolonne überführt, wobei die die Mittelsieder enthaltende
5 de Leichtsiederfraktion am oberen Ende und die die Mittelsieder enthaltende Hochsiederfraktion am unteren Ende der zweiten Kolonne eingespeist werden. Die Leichtsieder L werden über den Kopf der Kolonne abdestilliert und über den Kondensator K isoliert. Die Hochsieder S werden über den Sumpf der Kolonne erhalten. Aus dem Seitenabzug für Mittelsieder M kann das gereinigte Propylenox
10 id entnommen werden. Über d und f können beide Kolonnen Dampf und Flüssigkeit austauschen.

Figur 3 zeigt eine weitere Variante thermisch gekoppelter Kolonnen. In dieser Ausführungsform erfolgt die Energiezufuhr über den Verdampfer V der Kolonne, in die auch das Reaktionsgemisch über den Zulauf Z eingespeist wird. Über den
15 Kopf dieser Kolonne werden die Leichtsieder L abdestilliert und mit Hilfe des Kondensators K kondensiert. Mit dem Sumpf werden die Hochsieder S erhalten. Mit Mittelsieder angereicherte Leichtsieder L werden nun in den oberen Teil der nachgeschalteten Kolonne überführt, mit Mittelsieder angereicherte Hochsieder S
20 in den unteren Teil der nachgeschalteten Kolonne. Aus dem Seitenabzug für Mittelsieder M kann das gereinigte Propylenoxid entnommen werden. Über d und f können beide Kolonnen Dampf und Flüssigkeit austauschen.

Auch die Kolonnen nach Fig. 2 und 3 können als Packungskolonnen mit Füllkörpern oder geordneten Packungen oder als Bodenkolonnen ausgeführt werden. Beispielsweise können als geordnete Packungen Blech- oder Gewebepackungen mit einer spezifischen Oberfläche von 100 bis 1000 m²/m³, bevorzugt etwa 250 bis 750 m²/m³ eingesetzt werden. Solche Packungen bieten eine hohe Trennleistung bei gleichzeitig niederem Druckverlust pro Trennstufe.

Betrifft das erfindungsgemäße Verfahren die Zwischenabtrennung von Propylenoxid, so soll dieses in einer Reinheit von vorzugsweise mindestens 95 Gew.-% erhalten werden. Im Produkt soll dann die Konzentration der Schlüsselkomponenten in den Leichtsiedern (z. B. Acetaldehyd, Methylformiat) und der Schlüsselkomponenten in den Hochsiedern (z. B. Methanol, Wasser, Propylenglykol) vorzugsweise unter 5 Gew.-% liegen, wobei die Summe aus Oxiran und Schlüsselkomponenten 100 Gew.-% ergibt.

Für das erfindungsgemäße Verfahren zur kontinuierlich betriebenen Zwischenabtrennung des bei der koppelproduktfreien Oxiransynthese entstehenden Oxirans in einer Trennwandkolonne können für die Oxiransynthese die aus dem Stand der Technik bekannten Edukte verwendet werden.

Bevorzugt werden organische Verbindungen umgesetzt, die mindestens eine C-C-Doppelbindung aufweisen. Als Beispiele für solche organischen Verbindungen mit mindestens einer C-C-Doppelbindung seien folgende Alkene genannt:

Ethen, Propylen, 1-Buten, 2-Buten, Isobuten, Butadien, Pentene, Piperylen, Hexene, Hexadiene, Heptene, Octene, Diisobuten, Trimethylpenten, Nonene, Dodecen, Tridecen, Tetra- bis Eicosene, Tri- und Tetrapropen, Polybutadiene, Polyisobutene, Isoprene, Terpene, Geraniol, Linalool, Linalylacetat, Methylencyclopropan, Cyclopenten, Cyclohexen, Norbornen, Cyclohepten, Vinylcyclohexan, Vinyloxiran, Vinylcyclohexen, Styrol, Cycloocten, Cyclooctadien, Vinylnorbornen, Inden, Tetrahydroinden, Methylstyrol, Dicyclopentadien, Divinylbenzol, Cyclododecen, Cyclododecatrien, Stilben, Diphenylbutadien, Vitamin A, Betacarotin, Vinylidenfluorid, Allylhalogenide, Crotylchlorid, Methallylchlorid, Dichlorbuten, Allylalkohol, Methallylalkohol, Butenole, Butendiole, Cyclopentendiole, Pentenole, Octadienole, Tridecenole, ungesättigte Steroide, Ethoxyethen, Isoeugenol, Anethol, ungesättigte Carbonsäuren wie z.B. Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, Maleinsäure, Vinylessigsäure, ungesättigte Fettsäuren, wie z.B. Ölsäure, Linolsäure, Palmitinsäure, natürlich vorkommende Fette und Öle.

Bevorzugt werden Alkene verwendet, die 2 bis 8 Kohlenstoffatome enthalten. Besonders bevorzugt werden Ethen, Propylen und Buten umgesetzt. Insbesondere bevorzugt wird Propylen umgesetzt.

- 5 Als Hydroperoxid können die bekannten Hydroperoxide, die für die Umsetzung der organischen Verbindung geeignet sind, eingesetzt werden. Beispiele für solche Hydroperoxide sind etwa tert-Butylhydroperoxid oder Ethylbenzolhydroperoxid. Bevorzugt wird als Hydroperoxid für die Oxiransynthese Wasserstoffperoxid eingesetzt, wobei auch eine wässrige Wasserstoffperoxidlösung verwendet werden kann.

10

- Zur Herstellung von Wasserstoffperoxid kann dabei beispielsweise auf das Anthrachinonverfahren zurückgegriffen werden, nach dem praktisch die gesamte Menge des weltweit produzierten Wasserstoffperoxids hergestellt wird. Dieses Verfahren beruht auf der katalytischen Hydrierung einer Anthrachinon-Verbindung zur entsprechenden Anthrahydrochinon-Verbindung, nachfolgender Umsetzung derselben mit Sauerstoff unter Bildung von Wasserstoffperoxid und anschließender Abtrennung des gebildeten Wasserstoffperoxids durch Extraktion. Der Katalysezyklus wird durch erneute Hydrierung der rückgebildeten Anthrachinon-Verbindung geschlossen.

20

Einen Überblick über das Anthrachinonverfahren gibt „Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry“, 5. Auflage, Band 13, Seiten 447 bis 456.

- 25 Ebenso ist es denkbar, zur Wasserstoffperoxidgewinnung Schwefelsäure durch anodische Oxidation unter gleichzeitiger kathodischer Wasserstoffentwicklung in Peroxodischwefelsäure zu überführen. Die Hydrolyse der Peroxodischwefelsäure führt dann auf dem Weg über Peroxoschwefelsäure zu Wasserstoffperoxid und Schwefelsäure, die damit zurückgewonnen wird.

- 30 Möglich ist selbstverständlich auch die Darstellung von Wasserstoffperoxid aus den Elementen.

In den einzelnen Reaktoren ist eine Reaktionsführung dergestalt denkbar, dass bei entsprechender Wahl der organischen Verbindung die Umsetzung derselben mit dem Hydroperoxid bei den gegebenen Druck- und Temperaturverhältnissen ohne Zusatz von Katalysatoren erfolgt.

5

Bevorzugt wird jedoch eine Verfahrensweise, bei der zur größeren Effizienz der Umsetzung ein oder mehrere geeignete Katalysatoren zugesetzt werden, wobei wiederum heterogene Katalysatoren bevorzugt eingesetzt werden.

10 Es sind alle heterogenen Katalysatoren denkbar, die für die jeweilige Umsetzung geeignet sind. Bevorzugt werden dabei Katalysatoren verwendet, die ein poröses oxidisches Material, wie z. B. ein Zeolith, umfassen. Vorzugsweise werden Katalysatoren eingesetzt, die als poröses oxidisches Material ein Titan-, Germanium-, Tellur-, Vanadium-, Chrom-, Niob- oder Zirkonium-haltigen Zeolith umfassen.

15

Dabei sind im einzelnen Titan-, Germanium-, Tellur-, Vanadium-, Chrom-, Niob-, Zirkonium-haltige Zeolithe mit Pentasil-Zeolith-Struktur, insbesondere die Typen mit röntgenografischer Zuordnung zur ABW-, ACO-, AEI-, AEL-, AEN-, AET-, AFG-, AFI-, AFN-, AFO-, AFR-, AFS-, AFT-, AFX-, AFY-, AHT-, ANA-,
20 APC-, APD-, AST-, ATN-, ATO-, ATS-, ATT-, ATV-, AWO-, AWW-, BEA-, BIK-, BOG-, BPH-, BRE-, CAN-, CAS-, CFI-, CGF-, CGS-, CHA-, CHI-, CLO-, CON-, CZP-, DAC-, DDR-, DFO-, DFT-, DOH-, DON-, EAB-, EDI-, EMT-, EPI-, ERI-, ESV-, EUO-, FAU-, FER-, GIS-, GME-, GOO-, HEU-, IFR-, ISV-, ITE-, JBW-, KFI-, LAU-, LEV-, LIO-, LOS-, LOV-, LTA-, LTL-, LTN-, MAZ-,
25 MEI-, MEL-, MEP-, MER-, MFI-, MFS-, MON-, MOR-, MSO-, MTF-, MTN-, MTT-, MTW-, MWW-, NAT-, NES-, NON-, OFF-, OSI-, PAR-, PAU-, PHI-, RHO-, RON-, RSN-, RTE-, RTH-, RUT-, SAO-, SAT-, SBE-, SBS-, SBT-, SFF-, SGT-, SOD-, STF-, STI-, STT-, TER-, THO-, TON-, TSC-, VET-, VFI-, VNI-, VSV-, WIE-, WEN-, YUG-, ZON-Struktur sowie zu Mischstrukturen aus zwei
30 oder mehr der vorgenannten Strukturen. Denkbar sind für den Einsatz im erfindungsgemäßen Verfahren weiterhin titanhaltige Zeolithe mit der Struktur des

ITQ-4, SSZ-24, TTM-1, UTD-1, CIT-1 oder CIT-5. Als weitere titanhaltige Zeolithe sind solche mit der Struktur des ZSM-48 oder ZSM-12 zu nennen.

Als besonders bevorzugt sind Ti-Zeolithe mit MFI-, MEL- oder MFI/MEL-Mischstruktur anzusehen. Ganz besonders bevorzugt sind im Einzelnen die Titan-
5 enthaltenden Zeolith-Katalysatoren, die im allgemeinen als „TS-1“, „TS-2“, „TS-3“ bezeichnet werden, sowie Ti-Zeolithe mit einer zu β -Zeolith isomorphen Gerüststruktur.

10 Sehr günstig ist die Verwendung eines heterogenen Katalysator, der das Titan-haltige Silikalit TS-1 umfasst.

Insbesondere ist es günstig, einen heterogenen Katalysator, der das titanhaltige Silikalit TS-1 umfasst, zu verwenden.

15

Dabei ist es auch möglich, als Katalysator das poröse oxidische Material an sich zu verwenden. Selbstverständlich ist es jedoch auch möglich, als Katalysator einen Formkörper einzusetzen, der das poröse oxidische Material umfasst. Dabei können zur Herstellung des Formkörpers, ausgehend von dem porösen oxidischen Material,
20 alle Verfahren gemäß dem Stand der Technik eingesetzt werden.

Vor, während oder nach dem einen oder mehreren Formgebungsschritten in diesen Verfahren können auf das Katalysatormaterial Edelmetalle in Form geeigneter Edelmetallkomponenten, beispielsweise in Form von wasserlöslichen Salzen auf-
25 bracht werden. Vorzugsweise wird dieses Verfahren angewendet, um Oxidationskatalysatoren auf der Basis von Titan- oder Vanadiumsilikaten mit Zeolithstruktur herzustellen, wobei Katalysatoren erhältlich sind, die einen Gehalt von 0,01 bis 30 Gew.-% an einem oder mehreren Edelmetallen aus der Gruppe Ruthenium, Rhodium, Palladium, Osmium, Iridium, Platin, Rhenium, Gold und Silber aufweisen. Derartige Katalysatoren sind beispielsweise in der DE-A 196 23 609.6 beschrieben.
30

Die Formkörper können auch konfektioniert werden. Sämtliche Verfahren zur Zerkleinerung sind dabei denkbar, beispielsweise durch Splittung oder Brechen der Formkörper, ebenso wie weitere chemische Behandlungen, wie beispielsweise vorstehend beschrieben.

5

Bei Verwendung eines Formkörpers oder auch mehr davon als Katalysator kann dieser im erfindungsgemäßen Verfahren nach erfolgter Deaktivierung durch ein Verfahren regeneriert werden, bei dem die Regenerierung durch gezieltes Abbrennen der für die Deaktivierung verantwortlichen Beläge erfolgt. Dabei wird bevorzugt in einer Inertgasatmosphäre gearbeitet, die genau definierte Mengen an Sauerstoffliefernden Substanzen enthält. Dieses Regenerierungsverfahren ist in der DE-A 197 23 949.8 beschrieben. Ferner können die dort bezüglich des Standes der Technik angegebenen Regenerierungsverfahren eingesetzt werden.

10

Als Lösungsmittel können vorzugsweise alle Lösungsmittel verwendet werden, die in die Oxiransynthese eingesetzten Edukte ganz oder wenigstens teilweise lösen. Beispiele für Lösungsmittel sind aliphatische, cycloaliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, Ester, Ether, Amide, Sulfoxide und Ketone sowie Alkohole. Die Lösungsmittel können dabei auch in Form von Mischungen eingesetzt werden. Bevorzugt werden Alkohole eingesetzt. Dabei ist der Einsatz von Methanol als Lösungsmittel besonders bevorzugt.

20

Als Reaktoren für die Oxiran-Synthese können selbstverständlich alle denkbaren, für die jeweiligen Reaktionen am besten geeigneten Reaktoren eingesetzt werden. Dabei ist für die Oxiran-Synthese ein Reaktor nicht auf einen einzelnen Behälter beschränkt. Vielmehr ist es auch möglich, beispielsweise eine Rührkesselskaskade einzusetzen.

25

Bevorzugt werden für die Oxiran-Synthese als Reaktoren Festbettreaktoren verwendet. Weiter bevorzugt werden als Festbettreaktoren Festbettrohrreaktoren eingesetzt.

30

Insbesondere wird für vorstehend beschriebene und bevorzugt verwendete Oxiransynthese als Reaktor für die Stufe (i) ein isothermer Festbettreaktor und für die Stufe (iii) ein adiabatischer Festbettreaktor verwendet.

5 Somit werden die für das erfindungsgemäße Verfahren eingesetzten Oxirane bevorzugt in einem isothermen Festbettreaktor und einem adiabatischen Festbettreaktor hergestellt, wobei die Zwischenabtrennung in einer Trennwandkolonne erfolgt.

10 Es ist möglich, auch mehrere organische Verbindungen mit dem Hydroperoxid umzusetzen. Ebenso ist es denkbar, zur Umsetzung mehrere Hydroperoxide zu verwenden. Werden beispielsweise zwei organische Verbindungen und/oder mehrere Hydroperoxide miteinander in den jeweiligen Stufen umgesetzt, so können in den Mischungen verschiedenartige Produkte, die aus den Umsetzungen resultieren, vorliegen. Jedoch können auch solche Mischungen aus zwei verschiedenen Oxiranen
15 mit gutem Erfolg nach dem erfindungsgemäßen Verfahren durch destillative Zwischenabtrennung unter Verwendung einer Trennwandkolonne mit zwei Seitenabzügen abgetrennt werden, sofern die Siedepunkte nicht zu nahe beieinander liegen.

20 Eine Trennwandkolonne mit zwei Seitenabzügen ist in Figur 4 skizziert. Dabei werden aus den übereinander liegenden Seitenabzügen das niedriger siedende Oxiran an der oberen Seitenabzugsstelle M1 und das höher siedende Oxiran an der unteren Seitenabzugsstelle M2 entnommen. Bei dieser Anordnung weist der Bereich der thermischen Kopplung 8 vorzugsweise fünf bis fünfzig, mehr bevorzugt fünfzehn bis dreißig Prozent der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Kolonne auf.

25 Weiterer Gegenstand der Erfindung ist auch eine Vorrichtung zur Durchführung eines kontinuierlich betriebenen Verfahrens zur Zwischenabtrennung des bei der Oxiransynthese durch Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden Oxirans.

30

Eine bevorzugte Ausführung einer Vorrichtung zur Durchführung eines kontinuierlich betriebenen Verfahrens zur Zwischenabtrennung des bei der Oxiransynthese durch Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden Oxirans ist dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zur Herstellung des Oxirans wenigstens einen isothermen und einen adiabatischen Reaktor für die Durchführung der Stufen (i) und (iii) sowie eine Abtrennapparatur für die Stufe (ii) umfasst, wobei die Abtrennvorrichtung aus einer Trennwandkolonne mit einem oder zwei Seitenabzügen oder mindestens zwei miteinander thermisch gekoppelten Kolonnen besteht.

10

15

20

25

30

Bezugszeichenliste für Figuren 1, 2, 3 und 4:

- | | | |
|----|----|--|
| | 1 | gemeinsamer Teilbereich des Zulauf- und Entnahmeteils der Trennwandkolonne |
| 5 | 2 | Verstärkungsteil des Zulaufteils |
| | 3 | Abtriebsteil des Entnahmeteils |
| | 4 | Abtriebsteil des Zulaufteils |
| | 5 | Verstärkungsteil des Entnahmeteils |
| | 6 | gemeinsamer Teilbereich des Zulauf- und Entnahmeteils |
| 10 | 7 | Trennwand |
| | Z | Zulauf |
| | L | Leichtsieder |
| | M | Seitenabzug für Mittelsieder |
| 15 | M1 | Seitenabzugsstelle für niedriger siedendes Oxiran |
| | M2 | Seitenabzugsstelle für höher siedendes Oxiran |
| | S | Hochsieder |
| | K | Kondensator |
| | V | Verdampfer |
| 20 | | |
| | d | Dampf |
| | f | Flüssigkeit |

25 Waagrechte und diagonale oder diagonal angedeutete Linien in den Kolonnen symbolisieren Packungen mit Füllkörpern oder geordnete Packungen, die in der Kolonne vorhanden sein können.

BASF Aktiengesellschaft

23. Juli 2002
B02/0294 IB/RI/Ben

Patentansprüche

5

1. Kontinuierlich betriebenes Verfahren zur Zwischenabtrennung des bei der Oxiransynthese durch Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden Oxirans, dadurch gekennzeichnet, dass das bei der Synthese entstehende Produktgemisch in einer Trennwandkolonne in eine Leicht-, Mittel- und Hochsiederfraktion aufgetrennt und das Oxiran aus der Mittelsiederfraktion an der Seitenabzugsstelle und das Hydroperoxid aus der Hochsiederfraktion mit dem Sumpf der Kolonne entnommen wird.
10
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne aus mindestens zwei miteinander thermisch gekoppelten Destillationskolonnen besteht.
15
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne 10 bis 70 theoretische Trennstufen besitzt.
20
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Kopfdruck in der Trennwandkolonne 0,5 bis 5 bar und die Destillationstemperatur am Seitenabzug 10 bis 60 °C beträgt.
25
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Summe der Schlüsselkomponenten im gereinigten Oxiran kleiner als 5 Gew.-% ist,

wobei die Gesamtsumme aus Oxiran und den im Oxiran enthaltenen Komponenten 100 Gew.-% ergibt.

- 5 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das das Oxiran enthaltende Produktgemisch hergestellt wird durch ein Verfahren umfassend wenigstens die Schritte (i) bis (iii):
- 10 (i) Umsetzung des Hydroperoxids mit der organischen Verbindung unter Erhalt eines Produktgemisches, umfassend die umgesetzte organische Verbindung und nicht umgesetztes Hydroperoxid,
- (ii) Abtrennung des nicht umgesetzten Hydroperoxids aus der aus Stufe (i) resultierenden Mischung, wie in Anspruch 1 definiert,
- (iii) Umsetzung des abgetrennten Hydroperoxids aus Stufe (ii) mit der organischen Verbindung,
- 15 wobei in Stufe (i) ein isothermer Festbettreaktor und in Stufe (iii) ein adiabatischer Festbettreaktor verwendet wird.
- 20 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass als Hydroperoxid Wasserstoffperoxid verwendet und die organische Verbindung während der Reaktion in Kontakt mit einem heterogenen Katalysator gebracht wird.
- 25 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass der heterogene Katalysator den Zeolith TS-1 umfasst.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass als organische Verbindung Propylen eingesetzt wird und das Oxiran Propylenoxid ist.
- 30

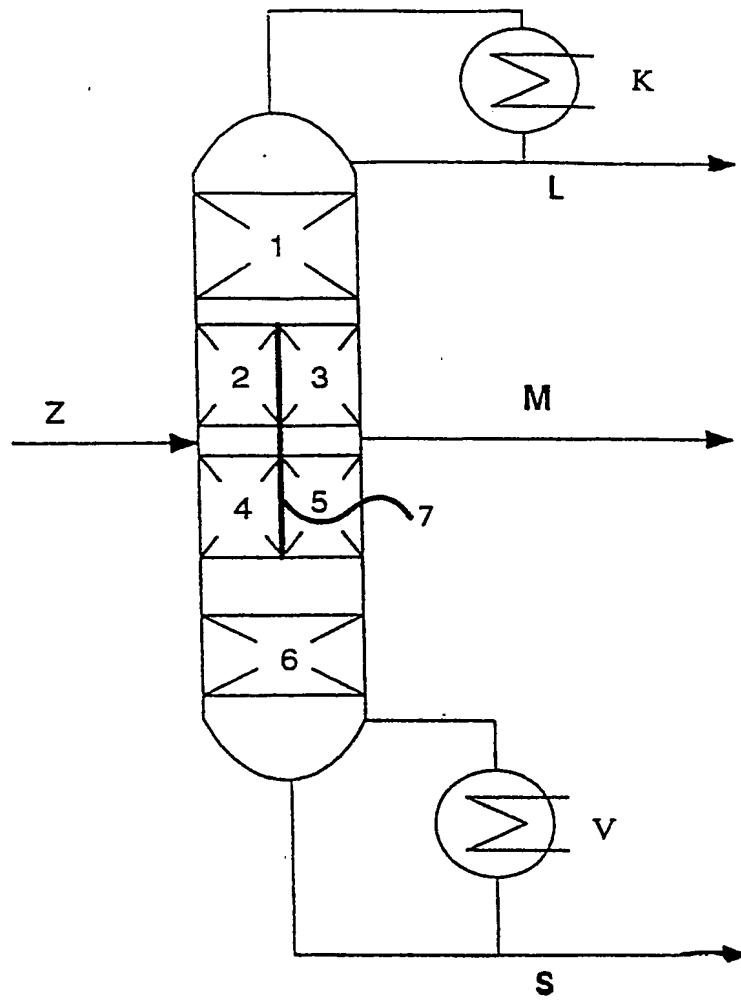
10. Vorrichtung zur Durchführung eines kontinuierlich betriebenen Verfahrens zur Zwischenabtrennung des bei der Oxiransynthese durch Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden Oxirans, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zur Herstellung des Oxirans wenigstens einen isothermen und einen adiabatischen Reaktor für die Durchführung der Stufen (i) und (iii) wie in Anspruch 6 definiert sowie eine Abtrennapparatur für die Stufe (ii) umfasst, wobei die Abtrennvorrichtung aus einer Trennwandkolonne mit einem oder zwei Seitenabzügen oder mindestens zwei miteinander thermisch gekoppelten Kolonnen besteht.

BASF Aktiengesellschaft

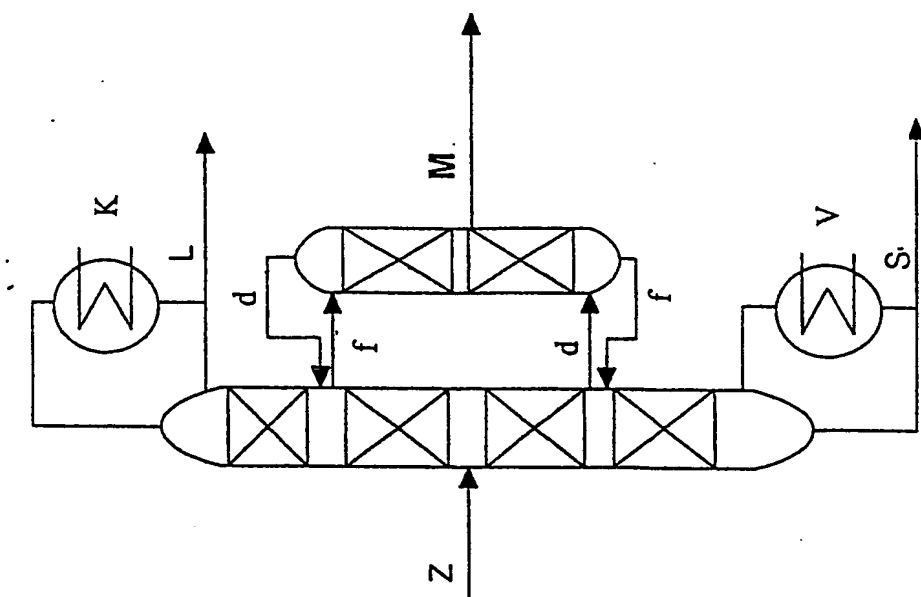
23. Juli 2002
B02/0294 IB/RI/Ben

Zusammenfassung

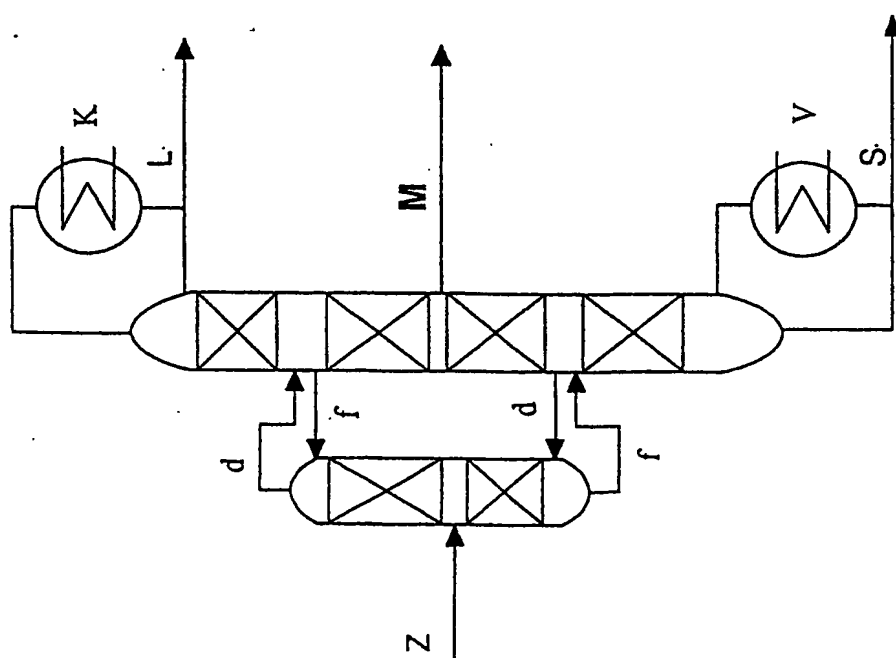
- 5
- 10 Kontinuierlich betriebenes Verfahren zur Zwischenabtrennung des bei der Oxiransynthese durch Umsetzung eines Hydroperoxids mit einer organischen Verbindung entstehenden Oxirans, dadurch gekennzeichnet, dass das bei der Synthese entstehende Produktgemisch in einer Trennwandkolonne in eine Leicht-, Mittel- und Hochsiederfraktion aufgetrennt und das Oxiran aus der Mittelsiederfraktion an der Seitenabzugsstelle der Kolonne und das Hydroperoxid aus der Hochsieder-
- 15 fraktion mit dem Sumpf der Kolonne entnommen wird.



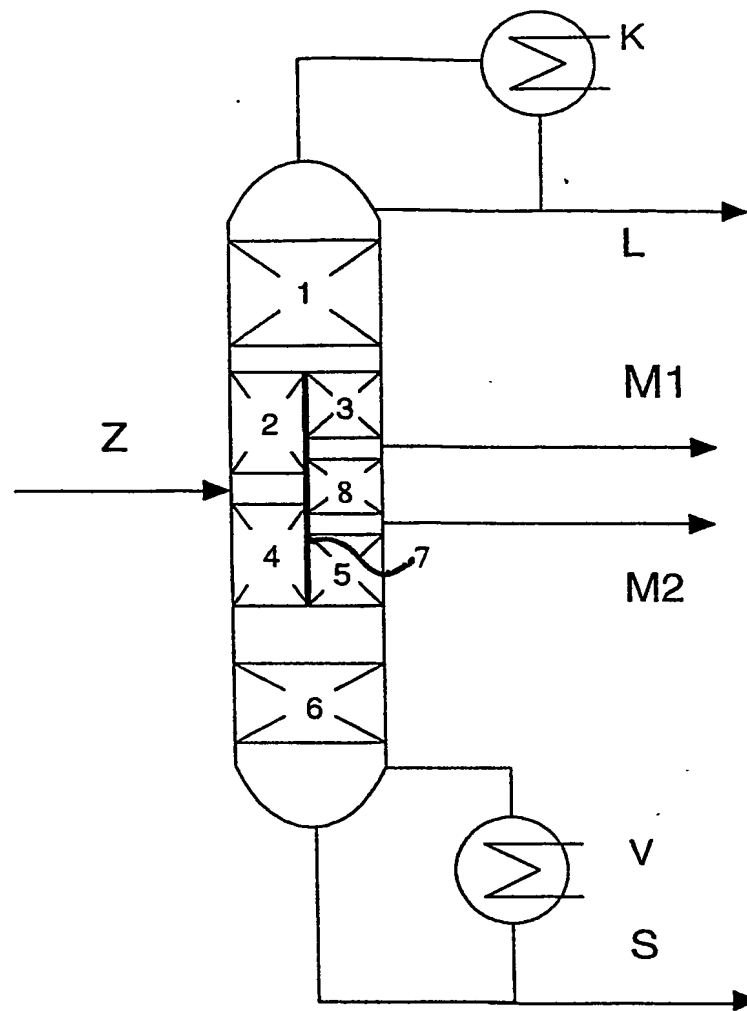
Figur 1



Figur 3



Figur 2



Figur 4